

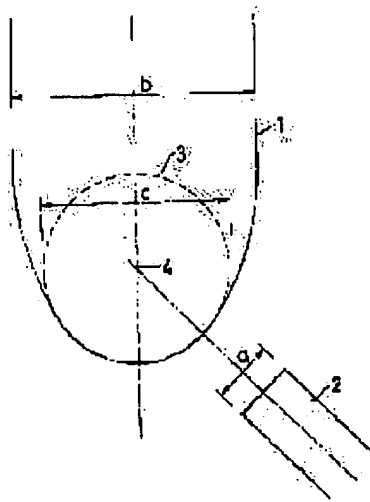
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-319849
(43)Date of publication of application : 03.12.1993

(21)Application number : 04-124435 (71)Applicant : TOSOH CORP
NIPPON TELEGR &
TELEPH CORP <NTT>

(22)Date of filing : 18.05.1992 (72)Inventor : SUDA HIROYUKI
UETAKE TAKASHI
ODAGIRI YASUKI
SHIODA EIJI
KUBO TOMIYOSHI

(54) PRODUCTION OF SILICA POROUS PREFORM



(57)Abstract:

PURPOSE: To produce a large-sized silica porous preform in high yield, at a high rate, with improved productivity and economical efficiency and without causing the fluctuation in the outer diameter of the preform or the crazing and peeling of the side face of the preform in the production of quartz glass by the VAD process.

CONSTITUTION: In the production of a silica porous preform by the VAD process, a coaxial circular multitube burner 2 is set so that the normal to the pseudo sphere 3 for the silica porous preform growth surface having a diameter 1.8 to 3.0 times larger than the diameter (a) of the burner 2 is aligned with the center axis of the burner 2.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's
decision of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-319849

(43)公開日 平成5年(1993)12月3日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 B 37/018 20/00	A			
G 0 2 B 6/00	3 5 6 A	7036-2K		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 6 頁)

(21)出願番号	特願平4-124435	(71)出願人	000003300 東ソー株式会社 山口県新南陽市開成町4560番地
(22)出願日	平成4年(1992)5月18日	(71)出願人	000004226 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町一丁目1番6号
		(72)発明者	須田 裕之 東京都千代田区内幸町一丁目1番6号 日 本電信電話株式会社内
		(74)代理人	弁理士 本多 小平 (外2名)

最終頁に続く

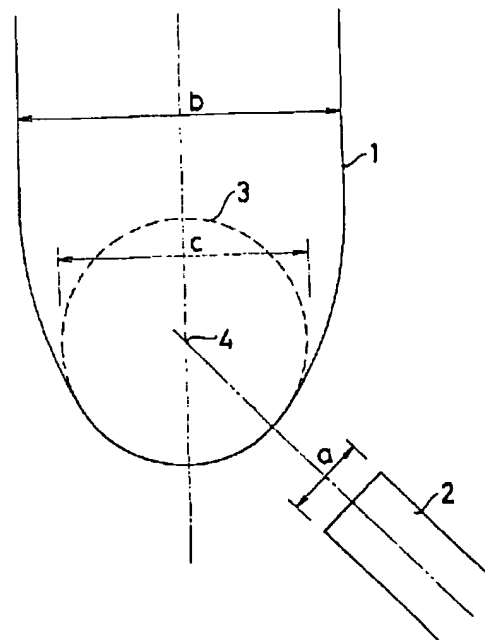
(54)【発明の名称】 シリカ多孔質母材の製造方法

(57)【要約】

【目的】 VAD法による石英ガラスの製造におけるその生産性と経済性の向上を目的として、シリカ多孔質母材の外径変動や変形及びシリカ多孔質母材側面部に生じるヒビ割れや剝離を発生させずに大型のシリカ多孔質母材を高収率かつ高合成速度で製造する方法を提供する。

【構成】 VAD法によるシリカ多孔質母材の製造方法において、同芯円状多重管バーナーの口径の1.8～3.0倍の直径を有するシリカ多孔質母材成長面疑似球の法線と該同芯円状多重管バーナーの中心軸が一致するように該同芯円状多重管バーナーを固定設置するシリカ多孔質母材の製造方法。

図1



【特許請求の範囲】

【請求項1】 気体のガラス原料、可燃性ガス、不活性ガス及び支燃性ガスを同芯円状多重管バーナーに供給して、火炎加水分解させてシリカ微粒子を生成し、これを出発部材上に堆積させ、該出発部材をシリカ微粒子の堆積速度にあわせて上方に引上げるシリカ多孔質母材の製造方法において、該同芯円状多重管バーナーの口径の1.8～3.0倍の直径を有するシリカ多孔質母材成長面疑似球の法線と該同芯円状多重管バーナーの中心軸が一致するように該同芯円状多重管バーナーを固定設置することを特徴とするシリカ多孔質母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は気相軸付け法（VAD法）によりシリカ多孔質母材を製造する方法に関するものであり、特にシリカ多孔質母材の外径変動や変形を抑えて、側面部にヒビ割れや剥離を発生させずにシリカ多孔質母材を高収率かつ高合成速度で製造する方法に関するものである。VAD法により製造されたシリカ多孔質母材を焼結することにより石英ガラスが得られ、この石英ガラスは高純度、高品質の石英ガラスとして高温耐熱材、光学材、電子部品材料等の用途に用いられる。

【0002】

【従来の技術】一般に、VAD法によるシリカ多孔質母材は、気体のシリカ原料、可燃性ガス、不活性ガス及び支燃性ガスをバーナーに供給して、火炎加水分解させてシリカ微粒子を生成し、このシリカ微粒子を石英製等の出発部材上に付着、堆積させ、シリカ微粒子の堆積速度に応じて出発部材を引上げて、引上げ軸方向にシリカ微粒子を堆積、成長をさせることにより製造されている。気体のシリカ原料として四塩化珪素や三塩化シラン等の珪素化合物が、可燃性ガスとして水素ガスが、支燃性ガスとして酸素ガスが、不活性ガスとして窒素ガス又はアルゴンガスが一般的に用いられる。

【0003】VAD法によるシリカ多孔質母材の製造において、シリカ多孔質母材の成長面とバーナーとの位置関係により、得られるシリカ多孔質母材の収率や合成速度、径の変動等のシリカ多孔質母材の生産性や合成の安定性に大きく影響を与える。このため、シリカ多孔質母材の引上げ速度の制御や、バーナー位置の制御について、種々の方法が提案されている。例えば、1) ガラス微粒子堆積体の成長端面位置を検出する装置と、その検出力によりガラス微粒子の吹付ノズルからの成長端面の距離を一定に保持するように制御する装置とを有することにより、ガラス微粒子堆積体の外径変動や、ガラスの屈折率のゆらぎ等を防止するための光ファイバー母材製造装置（特公昭55-27018号）、2) 火炎加水分解反応によって火炎中に形成されるガラス微粒子の流れを検出し、ガラス微粒子の流れの中心部に存在するダークラインが多孔質ガラス体堆積面上に吹き付けられる

位置を制御することにより合成状態、堆積状態を制御することにより得られる光ファイバーの屈折率分布の再現性を向上させる光ファイバー用母材の製造方法（特公昭59-10939号）、3) 火炎中のダークライン延長線と出発基材回転軸との交点からガラス微粒子集合体底面までの長さを所定の値に保って、ガラス微粒子を堆積させることにより、常に最適のドーパント濃度を維持して光ファイバーとしての伝送特性の良好なものを比較的長期間製造するためのガラス微粒子集合体の製造方法（特開昭58-115036号）、4) 火炎の回転する多孔質母材を覆う部分の形状を調節して堆積状態を安定化することにより、安定した収率で母材形状も良好に保てる光ファイバー用母材の製造方法（特開昭62-260729号）などである。

【0004】これらの方法は、VAD法により光ファイバー用の多孔質母材を製造するための方法であり、光ファイバー用の多孔質母材としては、その収率や合成速度の低下よりも、多孔質母材の外径変動や屈折率分布の変動を伴うような合成の不安定性や非再現性が非常に問題となるため、これらの問題点を特に低減させるための方法である。すなわち、多孔質母材の外径変動や屈折率分布の変動を防止すべくシリカ多孔質母材の引上げ速度やバーナー位置を高度に制御するために、シリカ多孔質母材の位置とバーナーの位置を精度良く検出しつつ、シリカ多孔質母材の引上げ速度とバーナーの位置の両者を微調整するものである。そのため、シリカ多孔質母材位置の制御機構とバーナー位置の制御機構を別個に必要とされるため、装置の大型化、高級化がシリカ多孔質母材の製造における経済性の面で問題となっている。また、合成途上でバーナー位置を微調整する必要があるため、反応炉のバーナー設置部分の気密性に問題が生じ、反応炉の気密が十分でない場合には火炎の不安定化に伴う合成状態の悪化、不純物の混入等の問題が生じる。

【0005】これに対し、石英ガラス用のシリカ多孔質母材は、光ファイバー用の多孔質母材と異なり屈折率分布については問題とされず、石英ガラス用のシリカ多孔質母材の製造方法においては、石英ガラスを効率良く経済的に生産するためには、より大型のシリカ多孔質母材を収率良く高合成速度で製造する必要があると同時に、石英ガラス製造の生産性や経済性を重視して作業性や操作性、装置の簡略化が必要とされる。

【0006】このため、石英ガラス用のシリカ多孔質母材を製造する際に、シリカ多孔質母材の大型化や合成速度の高速化を図る場合、一般的にはバーナーの大型化、供給ガス流量の増大等が行われている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、単にバーナーの大型化や供給ガス流量の増大だけでは供給したシリカ原料に対する反応収率が低下したり、シリカ多孔質母材の外径が過度に肥大化するため、シリカ多孔質母

材の外径変動や変形を生じたり、シリカ多孔質母材の側面部にヒビ割れや剥離が生じる例が多くなった。シリカ多孔質母材の外径変動や変形は、安定な反応や合成が行われていないために生じるものであり、合成収率の低下と同時に変形度は合成を続ける限り著しくなるため、合成は中止せざるを得ない。また、シリカ多孔質母材側面部に生じるヒビ割れや剥離も一旦これらが生じた場合、合成を続ける限り連鎖的に大きくなり、剥離片がパーナ一口内に落下する等により合成を継続することは難しい。

【0008】さらに、ヒビ割れや剥離が生じたシリカ多孔質母材を焼結処理して得られる石英ガラスには、その表面や内部にヒビ割れや構造的欠陥を有しており、石英ガラスの用途、例えば高温耐熱材、光学材、電子部品材料等の用途には適さないか又は適する部分のみを切出して加工しても、著しく歩留りが悪くなる。

【0009】本発明は以上のような問題点に鑑みてなされたものであり、その目的は、VAD法による石英ガラスの製造におけるその生産性と経済性の向上を目的として、シリカ多孔質母材の外径変動や変形及びシリカ多孔質母材側面部に生じるヒビ割れや剥離を発生させずに大型のシリカ多孔質母材を高収率かつ高合成速度で製造する方法を提供するものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記した課題を解決するために鋭意検討した結果、パーナーの位置をどのようにセッティングするかがシリカ多孔質母材の収率とシリカ多孔質母材の変形や剥離と大きな関係があることに着目し、パーナーの大きさや供給ガス流量の異なる場合においても、得られるシリカ多孔質母材に変形や剥離の発生しない範囲で最高の収率を得るためにシリカ多孔質母材成長面とパーナーの最適な位置関係が存在することを見出し、本発明を完成するに至ったものである。すなわち、本発明はVAD法によるシリカ多孔質母材の製造方法において、同芯円状多重管パーナーの口径の1.8~3.0倍の直径を有するシリカ多孔質母材成長面疑似球の法線と該同芯円状多重管パーナーの中心軸が一致するように該同芯円状多重管パーナーを固定設置するシリカ多孔質母材の製造方法である。

【0011】以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

【0012】本発明者らは、パーナーの設置位置とシリカ多孔質母材の成長面の関係について鋭意検討した結果、シリカ多孔質母材の成長面の先端部はほぼ球状をなしていることを見出し、さらにパーナーの中心軸はこの球面の中心を目指す位置関係、すなわち、この球面の法線に一致していることを見出した。

【0013】この球面のことをシリカ多孔質母材成長面疑似球と呼ぶこととするが、このシリカ多孔質母材成長面疑似球の直径はパーナーの設置位置により決定される

ものであり、シリカ多孔質母材成長面疑似球の直径を大きくするような位置にパーナーを設置した場合、シリカ多孔質母材の外径変動や変形、側面部にヒビ割れや剥離が生じ、一方、シリカ多孔質母材成長面疑似球の直径を小さくするような位置にパーナーを設置した場合には、シリカ多孔質母材の収率や合成速度を著しく損うか又はシリカ多孔質母材が変形する。そのため、同芯円状多重管パーナーの設置は使用する同芯円状多重管パーナーの口径の1.8~3.0倍の直径を有するシリカ多孔質母材成長面疑似球の法線と同芯円状多重管パーナーの中心軸が一致する位置に設置することが、シリカ多孔質母材の外径変動や変形、側面部に生じるヒビ割れや剥離を防止して合成収率や合成速度を最も高くするものである。

【0014】さらに、本発明においては以上のような最も適した位置に同芯円状多重管パーナーを固定設置することから、同芯円状多重管パーナーとシリカ多孔質母材の位置関係はシリカ多孔質母材先端部の位置を一定に保つことにより得られ、同芯円状多重管パーナーの位置を制御する必要がないため、パーナー本体の位置制御機構を有する必要がなく、これによりパーナーを反応炉に設置する部分の気密も保つことができ、反応の安定化に大きく寄与する。また、シリカ多孔質母材先端部の位置を一定に保つための制御機構は通常知られている光学的手段による位置の検出とその検出信号を出発部材の引上げ装置へフィードバックすることにより容易に達成される。

【0015】同芯円状多重管パーナーの中心軸とシリカ多孔質母材中心軸のなす角をパーナー角度と呼ぶが、本発明においてはパーナー角度はVAD法で一般的である30~45°に設定することが本発明の効果、特にシリカ多孔質母材の外径変動や変形及び側面部のヒビ割れや剥離を防止する上で好ましい。

【0016】本発明において使用される同芯円状多重管パーナーとしては、中心層にガラス原料を供給する原料供給用ノズルと、該原料供給用ノズルのまわりに火炎流を形成する複数の火炎形成用ノズルを有するものであれば特に限定するものではなく、例えば、4重管パーナー、9重管パーナー、13重管パーナー、14重管パーナー等があげられる。

【0017】また、使用される同芯円状多重管パーナーの口径は合成するシリカ多孔質母材の外径の大きさにより適宜選択すればよい。シリカ多孔質母材の外径と同芯円状多重管パーナーの口径との関係は、シリカ多孔質母材成長面疑似球の直径と同芯円状多重管パーナーの口径との関係とほぼ同様な関係ではあるが、シリカ多孔質母材の外側に比較的緩く付着、堆積するシリカ微粒子の層厚は排気条件により大きく変動するため、使用される同芯円状多重管パーナーの口径は特に限定するものではないが、シリカ多孔質の径は同芯円状多重管パーナーの口径の2.8~5.0倍になるのが通常であるため、合

成するシリカ多孔質母材の外径の0.2~0.35倍の口径を有する同芯円状多重管バーナーを用いることが好ましい。

【0018】

【実施例】以下、本発明を実施例を用いてさらに説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0019】実施例1

図1に示すように、径が79mmの同芯円状多重管バーナーをバーナー仰角を45°にしてシリカ多孔質母材成長疑似球の直径が230mmとなるように固定設置した。このときシリカ多孔質母材疑似球の直径はバーナー口径の2.91倍であった。このバーナーに水素ガスを284NI/min、酸素ガスを109NI/min、窒素ガスを62NI/min供給して酸水素火炎を形成し、バーナーの中心層にガラス原料である四塩化珪素を10.0NI/min(4.55kg/hr)を供給してシリカ多孔質母材の合成を行なったところ、収率70.8%、合成速度18.9g/minで外径が310φのシリカ多孔質母材が得られた。このとき使用した同芯円状多重管バーナーの口径は得られたシリカ多孔質母材の0.26倍であった。

【0020】実施例2

径が87mmの同芯円状多重管バーナーをバーナー仰角を45°にしてシリカ多孔質母材成長疑似球の直径が230mmとなるように固定設置した。このときシリカ多孔質母材疑似球の直径はバーナー口径の2.64倍であった。このバーナーに水素ガスを510NI/min、酸素ガスを153NI/min、窒素ガスを64NI/min供給して酸水素火炎を形成し、バーナーの中心層にガラス原料である四塩化珪素を12.0NI/min(5.46kg/hr)を供給してシリカ多孔質母材の合成を行なったところ、収率68.4%、合成速度22.0g/minで外径が360φのシリカ多孔質母材が得られた。このとき使用した同芯円状多重管バーナーの口径は得られたシリカ多孔質母材の0.24倍であった。

【0021】実施例3

径が87mmの同芯円状多重管バーナーをバーナー仰角を60°にしてシリカ多孔質母材成長疑似球の直径が240mmとなるように固定設置した。このときシリカ多孔質母材疑似球の直径はバーナー口径の2.76倍であった。このバーナーに水素ガスを510NI/min、酸素ガスを153NI/min、窒素ガスを64NI/min供給して酸水素火炎を形成し、バーナーの中心層にガラス原料である四塩化珪素を12.0NI/min(5.46kg/hr)を供給してシリカ多孔質母材の合成を行なったところ、収率69.9%、合成速度22.5g/minで外径が390φのシリカ多孔質母材が得られた。このとき使用した同芯円状多重管バーナーの口径は得られたシリカ多孔質母材の0.22倍であつ

た。

【0022】実施例4

径が53mmの同芯円状多重管バーナーをバーナー仰角を45°にしてシリカ多孔質母材成長疑似球の直径が100mmとなるように固定設置した。このときシリカ多孔質母材疑似球の直径はバーナー口径の1.89倍であった。このバーナーに水素ガスを118NI/min、酸素ガスを55NI/min、窒素ガスを27NI/min供給して酸水素火炎を形成し、バーナーの中心層にガラス原料である四塩化珪素を4.0NI/min(1.82kg/hr)を供給してシリカ多孔質母材の合成を行なったところ、収率78.0%、合成速度7.8g/minで外径が180φのシリカ多孔質母材が得られた。このとき使用した同芯円状多重管バーナーの口径は得られたシリカ多孔質母材の0.29倍であった。比較例1

同芯円状多重管バーナーの中心軸とシリカ多孔質母材の引上げ軸がねじれの位置になるように、同芯円状多重管バーナーの固定設置を水平方向に同芯円状多重管バーナーの口径の4分の1だけずらし、またシリカ多孔質母材の成長面が同芯円状多重管バーナーの中心軸とシリカ多孔質母材の引上げ軸の交点からシリカ多孔質母材成長面疑似球の半径に相当する長さだけ下方に常に位置するようにシリカ多孔質母材の引上げ制御装置の制御設定を行なった。この同芯円状多重管バーナーに、気体のガラス原料、可燃性ガス、不活性ガス及び支燃性ガスを供給して、シリカ多孔質母材の合成を行なった。その結果、得られたシリカ多孔質母材の成長面は先端に凹部が生じて球状ではなく、シリカ多孔質母材の側面形状も凹凸があり、一部に剥離が生じていた。

【0023】比較例2

図2に示すように、径が79mmの同芯円状多重管バーナーをバーナー仰角を45°にしてシリカ多孔質母材成長疑似球の直径が265mmとなるように固定設置した。このときシリカ多孔質母材疑似球の直径はバーナー口径の3.35倍であった。このバーナーに水素ガスを284NI/min、酸素ガスを109NI/min、窒素ガスを62NI/min供給して酸水素火炎を形成し、バーナーの中心層にガラス原料である四塩化珪素を10.0NI/min(4.55kg/hr)を供給してシリカ多孔質母材の合成を行なったところ、100分後にシリカ多孔質母材側面部に剥離が生じたため、合成を中止した。

【0024】比較例3

図3に示すように、径が79mmの同芯円状多重管バーナーをバーナー仰角を45°にしてシリカ多孔質母材成長疑似球の直径が115mmとなるように固定設置した。このときシリカ多孔質母材疑似球の直径はバーナー口径の1.46倍であった。このバーナーに水素ガスを284NI/min、酸素ガスを109NI/min、

窒素ガスを62NI/min供給して酸水素火炎を形成し、バーナーの中心層にガラス原料である四塩化珪素を10.0NI/min(4.55kg/hr)を供給してシリカ多孔質母材の合成を行なったところ、収率54.5%、合成速度14.6g/minで外径が230φのシリカ多孔質母材が得られた。このとき使用した同芯円状多重管バーナーの口径は得られたシリカ多孔質母材の0.34倍であった。

【0025】比較例4

径が87mmの同芯円状多重管バーナーをバーナー仰角を45°にしてシリカ多孔質母材成長疑似球の直径が140mmとなるように固定設置した。このときシリカ多孔質母材疑似球の直径はバーナー口径の1.61倍であった。このバーナーに水素ガスを510NI/min、酸素ガスを153NI/min、窒素ガスを64NI/min供給して酸水素火炎を形成し、バーナーの中心層にガラス原料である四塩化珪素を12.0NI/min(5.46kg/hr)を供給してシリカ多孔質母材の合成を行なったところ、収率55.5%、合成速度17.8g/minで外径が295φのシリカ多孔質母材が得られた。このとき使用した同芯円状多重管バーナーの口径は得られたシリカ多孔質母材の0.29倍であった。

【0026】比較例5

径が87mmの同芯円状多重管バーナーをバーナー仰角を60°にしてシリカ多孔質母材成長疑似球の直径が160mmとなるように固定設置した。このときシリカ多孔質母材疑似球の直径はバーナー口径の1.77倍であった。このバーナーに水素ガスを510NI/min、酸素ガスを153NI/min、窒素ガスを64NI/min供給して酸水素火炎を形成し、バーナーの中心層にガラス原料である四塩化珪素を12.0NI/min(5.46kg/hr)を供給してシリカ多孔質母材の合成を行なったところ、シリカ多孔質母材の先端部が変形したため合成を中止した。

【0027】比較例6

径が53mmの同芯円状多重管バーナーをバーナー仰角を45°にしてシリカ多孔質母材成長疑似球の直径が170mmとなるように固定設置した。このときシリカ多孔質母材疑似球の直径はバーナー口径の3.21倍であった。このバーナーに水素ガスを118NI/min、酸素ガスを55NI/min、窒素ガスを27NI/min供給して酸水素火炎を形成し、バーナーの中心層にガラス原料である四塩化珪素を4.0NI/min(1.82kg/hr)を供給してシリカ多孔質母材の合成を行なったところ、120分後にシリカ多孔質母材側面部に剥離が生じたため、合成を中止した。

【0028】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明の製造方法によれば、シリカ多孔質母材の外径変動や変形及び側面部にヒビ割れや剥離を発生させずにシリカ多孔質母材を高収率かつ高合成速度で製造することができ、VAD法による石英ガラスの製造におけるその生産性と経済性を大きく向上させることができる効果を有するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1におけるシリカ多孔質母材と同芯円状多重管バーナーの相対位置関係を示す図である。

【図2】比較例2におけるシリカ多孔質母材と同芯円状多重管バーナーの相対位置関係を示す図である。

【図3】比較例3におけるシリカ多孔質母材と同芯円状多重管バーナーの相対位置関係を示す図である。

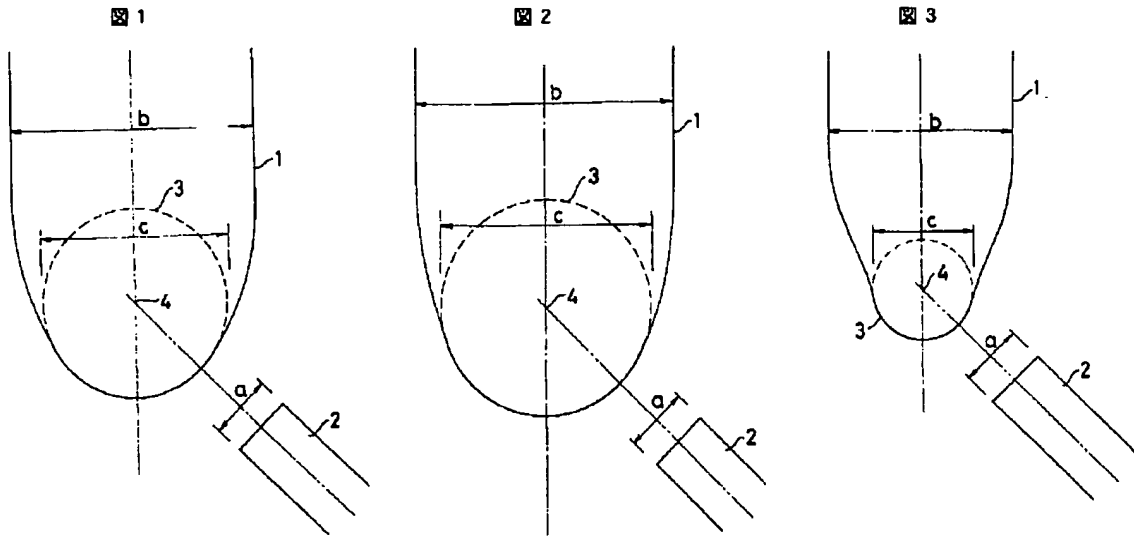
【符号の説明】

- 1：シリカ多孔質母材
- 2：同芯円状多重管バーナー
- 3：シリカ多孔質母材成長面疑似球
- 4：シリカ多孔質母材成長面疑似球の中心
- a：同芯円状多重管バーナーの口径
- b：シリカ多孔質母材の外径
- c：シリカ多孔質母材成長面疑似球の直径

【図1】

【図2】

【図3】



フロントページの続き

(72) 発明者 植竹 孝

東京都武蔵野市吉祥寺南町一丁目27番1号
エヌ・ティ・ティ・アドバンステクノロ
ジ株式会社内

(72) 発明者 小田切 泰樹

山口県新南陽市宮の前2-6-10

(72) 発明者 塩田 英司

山口県防府市大字大崎276-376

(72) 発明者 久保 富義

山口県下松市大字末武中33番地の80